

DB51

四川省地方标准

DB51/T 2000—2015

塑料制品中荧光增白剂的测定 高效液相色谱法

2015 - 07 - 08 发布

2016 - 01 - 01 实施

四川省质量技术监督局

发布

目 次

前 言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 原理 1

4 试剂 1

5 仪器 2

6 分析步骤 2

7 结果计算 3

8 重复性 3

附录 A（资料性附录） 荧光增白剂类化合物信息 4

附录 B（资料性附录） 荧光增白剂类化合物液相色谱图 5

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由四川省产品质量监督检验检测院提出并归口。

本标准由四川省质量技术监督局批准。

本标准主要起草单位：成都产品质量检验研究院有限责任公司/成都产品质量监督检验院/国家包装产品质量监督检验中心（成都）

本标准参加起草单位：成都菲斯特化工有限公司、赛默飞世尔科技公司（成都）。

本标准主要起草人：张晓飞、周良春、马俊辉、吴纯洪、李双琦、彭学文、冉良骥、唐诗俊、魏静。

塑料制品中荧光增白剂的测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了塑料制品中荧光增白剂的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于聚乙烯（PE）、聚丙烯（PP）、聚氯乙烯（PVC）、聚苯乙烯（PS）、聚碳酸酯（PC）五种材质的塑料制品中荧光增白剂含量的测定。

本标准中各荧光增白剂的检出限均为：0.05 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和实验方法

3 原理

不同结构的荧光增白剂具有各自的特征激发波谱和特征发射波谱，通过液相色谱柱进行分离后，采用荧光检测器进行检测。

4 试剂

本标准用水为符合 GB/T 6682 规定的一级水；若无特殊说明，所有试剂均为色谱纯。

4.1 三氯甲烷。

4.2 甲醇。

4.3 三氯甲烷-甲醇混合液(1+1)：量取 100mL 三氯甲烷（4.1）和 100mL 甲醇（4.2），混匀。

4.4 甲醇-水混合液（95+5）：量取 95mL 甲醇（4.2）和 5mL 水，混匀。

4.5 五种荧光增白剂标准品（荧光增白剂类化合物信息详见附录 A(资料性附录)）

4.5.1 2,5-双（5-叔丁基-2-苯并噁唑基）噻吩（CAS 号：7128-64-5）：纯度大于 98%；

4.5.2 1,4-双（苯并噁唑基）萘（CAS 号：5089-22-5）：纯度大于 98%；

4.5.3 4,4'-双（苯并噁唑-2-基）二苯乙烯（CAS 号：1533-45-5）：纯度大于 97%；

4.5.4 4-(2-苯并噁唑基)-4'-(5-甲基-2-苯并噁唑基)二苯乙烯（CAS 号：5242-49-9）：纯度大于 95%；

4.5.5 4,4'-双(2-甲氧苯乙烯基)联苯（CAS 号：40470-68-6）：纯度大于 90%。

4.6 单标准储备液(100 mg/L)

称取 5 种标准品各 10 mg 分别于 5 个 100 mL 的容量瓶中，用三氯甲烷配制成单标标准储备液，于 -18℃ 冰箱中避光保存，保质期三个月。

4.7 混合标准储备溶液（5 mg/L）

分别取 5 mL 各单标标准储备液 (4.6), 于 100 mL 的容量瓶中, 再用三氯甲烷-甲醇混合液 (4.3) 定容, 于 4 °C 冰箱中避光保存, 保质期三个月。

4.8 标准使用液

将混合标准储备溶液 (4.7) 用三氯甲烷-甲醇混合液 (4.3) 逐级稀释至浓度为 1、5、10、20、50、100、200 µg/L 的标准溶液待用。

5 仪器

- 5.1 高效液相色谱仪: 配荧光检测器。
- 5.2 分析天平: 感量 0.1 mg。
- 5.3 超声波提取器: 带温度控制 (20°C~80°C)
- 5.4 离心机, 转速不低于 4000 r/min。
- 5.5 冷冻式粉碎机。
- 5.6 标准分样筛: 80 目。

6 分析步骤

6.1.1 试样处理不溶于三氯甲烷的塑料制品 (PE、PP 和 PVC 等样品)

将样品冷冻粉碎, 混合均匀后, 过 80 目的标准分样筛。称取 0.2 g 试样 (精确至 0.1 mg) 加入 20 mL 三氯甲烷在 30°C (±3°C) 的条件下超声萃取 40 min, 滤纸过滤, 再用 20 mL 三氯甲烷超声提取一次, 过滤, 最后用 10 mL 三氯甲烷超声提取一次, 合并提取液用三氯甲烷定容至 50 mL, 过 0.45µm 的滤膜后, 供液相分析。

6.1.2 溶于三氯甲烷的塑料制品 (PS 和 PC 样品)

将试样剪成小于 5mm×5mm 的碎片, 混合均匀, 称取 0.2 g 试样 (精确至 0.1 mg) 于 50 mL 具塞比色管中, 加入 15 mL 三氯甲烷 (4.1), 超声至试样完全溶解, 振荡并缓慢滴加 15 mL 甲醇 (4.2)。沉淀完全后超声 10 min, 且在 4000 r/min 的条件下离心 5 min, 将清液转移至另一个 50 mL 的具塞比色管中。再用 10 mL 三氯甲烷 (4.1) 复溶, 用 10 mL 甲醇 (4.2) 沉淀, 重复上述操作, 将两次的提取液合并, 并用三氯甲烷-甲醇混合液 (4.3) 定容至 50 mL, 再视试样中荧光增白剂含量作相应的稀释, 过 0.45µm 的滤膜后, 供液相分析。

6.2 空白试验

除不称取试样外, 根据试样的材质, 按 6.1 中不同的条件处理, 供液相分析。

6.3 测定

6.3.1 色谱参照条件

- a) 色谱柱: 苯基柱, 150mm, 内径 4.6mm, 粒度 3µm, 或性能类似的色谱柱;
- b) 荧光检测器: 激发波长 365 nm, 发射波长 430 nm;
- c) 流动相: 甲醇-水混合液 (4.4);
- d) 流速: 1.0 mL/min;
- e) 柱温: 35 °C;

f) 进样量：5 μL。

注1：流动相配比可根据色谱柱品牌和批号的变化做适当调整。

6.3.2 定量分析

本标准采用外标校准曲线法定量测定。以各荧光增白剂化合物的标准溶液浓度为横坐标、各自的峰面积为纵坐标，作标准曲线线性回归方程，以试样的峰面积与标准曲线比较定量。

7 结果计算

荧光增白剂化合物的含量（mg/kg）按式（1）进行计算：

$$X_i = \frac{(C_i - C_0) \times V \times K}{1000 \times m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X_i —试样中某种荧光增白剂含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

C_i —试样中某种荧光增白剂峰面积对应的浓度，单位为微克每升（μg/L）；

C_0 —空白试样中某种荧光增白剂的浓度，单位为微克每升（μg/L）；

V —试样定容体积，单位为毫升（mL）；

K —稀释倍数；

m —试样质量，单位为克（g）。

计算结果保留至小数点后两位。

8 重复性

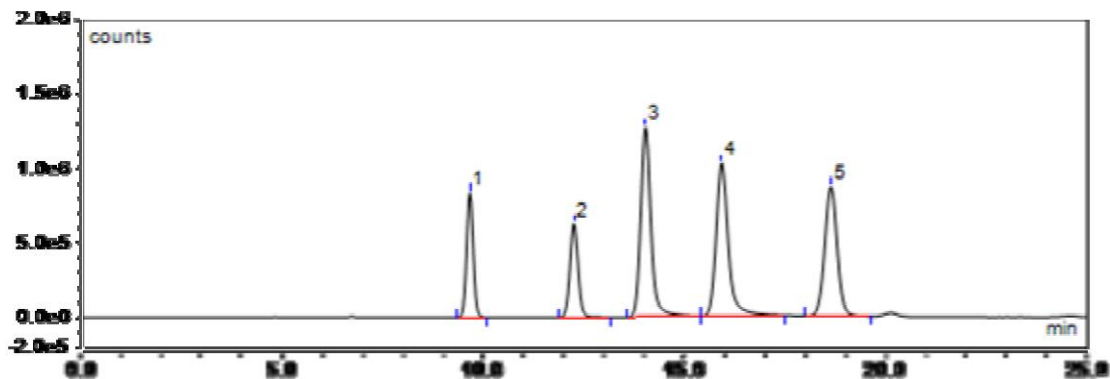
在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

附 录 A
(资料性附录)
荧光增白剂类化合物信息

表A.1 荧光增白剂类化合物信息

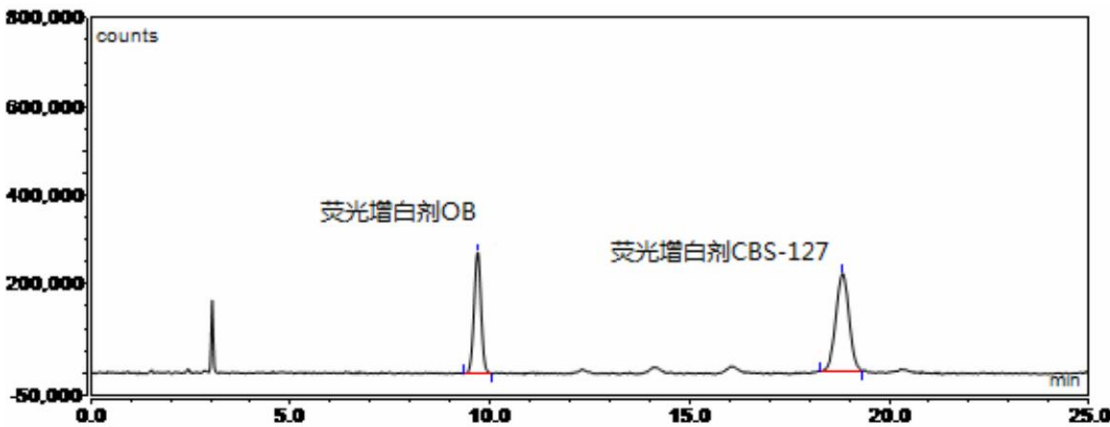
序号	中文名称	英文名称	中文简称	分子式	CAS 号
1	2,5-双(5-叔丁基-2-苯并噁唑基)噻吩	2,5-bis(5-tert-butyl-2-benzoxazolyl)thiophene	荧光增白剂 OB	$C_{26}H_{26}N_2O_2S$	7128-64-5
2	1,4-双(苯并噁唑基)萘	1,4-bis(2-benzoxazolyl)-naphthalene	荧光增白剂 KCB	$C_{24}H_{14}N_2O_2$	5089-22-5
3	4,4'-双(苯并噁唑-2-基)二苯乙烯	4,4'-bis(2-benzoxazolyl)stilbene	荧光增白剂 OB-1	$C_{28}H_{18}N_2O_2$	1533-45-5
4	4-(2-苯并噁唑基)-4'-(5-甲基-2-苯并噁唑基)二苯乙烯	4-(2-benzoxazolyl)-4'-(5-methyl-2-benzoxazolyl)stilbene	荧光增白剂 KSN	$C_{29}H_{20}N_2O_2$	5242-49-9
5	4,4'-双(2-甲氧苯乙基)联苯	4,4'-bis(2-methoxystyryl)biphenyl	荧光增白剂 CBS-127	$C_{30}H_{26}O_2$	40470-68-6

附 录 B
(资料性附录)
荧光增白剂类化合物液相色谱图



注：1—荧光增白剂 OB (9.66 min)；
2—荧光增白剂 KCB (12.28 min)；
3—荧光增白剂 OB-1 (14.08 min)；
4—荧光增白剂 KSN (16.01 min)；
5—荧光增白剂 CBS-127 (18.77 min)。

图B.1 荧光增白剂标准物质的液相色谱图 (100 µg/L)



图B.2 塑料制品中荧光增白剂的液相色谱图